

Family list

2 family member for:

JP7053821

Derived from 1 application.

1 FLUORORUBBER COMPOSITION

Publication info: **JP2850085B2 B2** - 1999-01-27

JP7053821 A - 1995-02-28

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

THIS PAGE BLANK (USPTO)

FLUORORUBBER COMPOSITION

Patent number: JP7053821
Publication date: 1995-02-28
Inventor: NAKABAYASHI NOBUO; TAKEDA MITSUHIRO
Applicant: KUREHA ELASTOMER KK
Classification:
- **international:** C08L27/12; C08L27/12; C08L101/00; C09K3/10
- **european:**
Application number: JP19930220695 19930811
Priority number(s): JP19930220695 19930811

Abstract not available for JP7053821

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

THIS PAGE BLANK (USPTO)

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-053821

(43)Date of publication of application : 28.02.1995

(51)Int. Cl. C08L 27/12
C08L 27/12
C08L101/00
C09K 3/10
// (C08L 27/12
C08L 23:22)
(C08L 27/12
C08L 63:00)

(21)Application number : 05-220695

(71)Applicant : KUREHA ELASTOMER- KK

(22)Date of filing : 11.08.1993

(72)Inventor : NAKABAYASHI NOBUO
TAKEDA MITSUHIRO

(54) FLUORORUBBER COMPOSITION

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the rubber composition capable of forming a vulcanized material reduced in hardness and compression set, free from occurrence of bleeding or deformation in post vulcanization and useful as an excellent sealing material.

CONSTITUTION: This composition is composed of a fluororubber, a plasticizer, a vulcanizing agent and another additive. Among fluid fluorocarbon-, hydrocarbon-, epoxy-, ester-, ether-, aromatic and amide-based oligomers or polymers respectively having a heat resistance and a chemical resistance almost equivalent to those of the fluororubber, the above-mentioned fluorocarbon-based oligomer or polymer is used as the plasticizer in combination with another oligomer or polymer except the fluorocarbon-based substances. The amounts of the fluorocarbon-based plasticizer and the other plasticizer are controlled respectively to 10-50 pts.wt. and 3-30 pts.wt. based on 100 pts.wt. fluororubber.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 20.12.1995

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the
examiner's decision of rejection or application
converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2850085

[Date of registration] 13.11.1998

[Number of appeal against examiner's decision of
rejection][Date of requesting appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C): 1998,2003 Japan Patent Office

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-53821

(43)公開日 平成7年(1995)2月28日

(51)Int.Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 L 27/12	L G B			
	L G E			
101/00	L S Z			
C 0 9 K 3/10		M		
// (C 0 8 L 27/12				

審査請求 未請求 請求項の数3 F D (全 5 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号	特願平5-220695	(71)出願人	591005006 クレハエラストマー株式会社 大阪府大阪市中央区安土町1丁目7番20号
(22)出願日	平成5年(1993)8月11日	(72)発明者	中林 延郎 三重県松阪市伊勢寺町101番地
		(72)発明者	竹田 光宏 三重県鈴鹿市若松北2丁目14-5
		(74)代理人	弁理士 吉田 了司

(54)【発明の名称】 フッ素ゴム組成物

(57)【要約】

【目的】 加硫後の硬度および圧縮永久歪を低くし、しかもポスト加硫の際にブリード現象が発生したり変形したりすることがなく、シール材用として優れている。

【構成】 フッ素ゴムと可塑剤、加硫剤その他の添加剤とからなり、可塑剤としてフッ素ゴムと同程度の耐熱性および耐薬品性を備えた液状の炭化フッ素系、炭化水素系、エポキシ系、エステル系、エーテル系、芳香族系、アミド系のオリゴマーまたはポリマーのうち上記炭化フッ素系のオリゴマーまたはポリマーと、該炭化フッ素系以外のオリゴマーまたはポリマーとが併用して配合され、フッ素ゴム100重量部に対して炭化フッ素系可塑剤の配合量が10～50重量部、該炭化フッ素系以外の可塑剤の配合量が3～30重量部に設定される。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 フッ素ゴムと可塑剤、加硫剤その他の添加剤とからなり、上記の可塑剤として上記フッ素ゴムと同程度の耐熱性および耐薬品性を備えた液状の炭化フッ素系、炭化水素系、エポキシ系、エステル系、エーテル系、芳香族系、アミド系のオリゴマーまたはポリマーのうち上記炭化フッ素系のオリゴマーまたはポリマーと、該炭化フッ素系以外のオリゴマーまたはポリマーとが併用して配合され、フッ素ゴム 100 重量部に対して炭化フッ素系可塑剤の配合量が 10～50 重量部、該炭化フッ素系以外の可塑剤の配合量が 3～30 重量部であることを特徴とするフッ素ゴム組成物。

【請求項 2】 フッ素ゴムと可塑剤、加硫剤その他の添加剤とからなり、上記の可塑剤として液状フッ素ゴムと、上記フッ素ゴムと同程度の耐熱性および耐薬品性を備えたポリブテンおよび液状エポキシ樹脂の一方とが併用して配合され、フッ素ゴム 100 重量部に対して上記液状フッ素ゴムの配合量が 10～50 重量部、上記ポリブテンおよび液状エポキシ樹脂の一方の配合量が 3～30 重量部であることを特徴とするフッ素ゴム組成物。

【請求項 3】 フッ素ゴムと可塑剤、加硫剤その他の添加剤とからなり、上記の可塑剤としてポリブテンおよび液状エポキシ樹脂の少なくとも一方が配合され、この可塑剤の配合量がフッ素ゴム 100 重量部に対して 3～10 重量部であることを特徴とするフッ素ゴム組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は、硬度および圧縮永久歪が共に低く、パッキング材またはシール材として使用可能なフッ素ゴム組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 フッ素ゴムは、耐熱性、耐薬品性、電気絶縁性等に優れているため、各種のパッキング材、シール材等に使用されているが、その硬度（JIS-K-6301-A）が 70～80 度と比較的高いという問題があった。そこで、最近になって低硬度のフッ素ゴム組成物を開発するため、架橋密度を下げたり、可塑剤を変えたりすることが試みられるようになったが、まだ適切な可塑剤が見出されてないため、不適切な可塑剤の使用や架橋密度の低下により、製品に種々の欠点が生じていた。

【0003】 例えば、低硬度のフッ素ゴム組成物として、フッ素ゴムに液状フッ素ゴム、フッ化シリコンオイルまたはジブチルフタレート等の可塑剤を配合して加硫後のゴム硬度（JIS-K-6301-A）が 35 度程度に低くなるようにしたものが知られている。しかし、このフッ素ゴム組成物は、加硫後のゴム硬度が低い反面、圧縮永久歪が大きくて 30% 以上になるという欠点があった。また、上記のフッ素ゴム組成物は、シート状に成形した後、一次加硫をプレス加硫で行い、次いで

二次加硫（ポスト加硫）をオープン加硫で行って製品化されるが、このポスト加硫の際にブリード現象が発生したり、変形したりする等の欠点があった。そして、これらの欠点を解消しようとする、上記のゴム硬度が 50 度以上に上昇し、市場の要求を満たすことができなかった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 この発明は、フッ素ゴムに適切な可塑剤を添加することにより、加硫密度を下げることなく加硫後の硬度および圧縮永久歪を低くし、しかもポスト加硫の際にブリード現象が発生したり変形したりすることがないようにし、シール材用等に好適なフッ素ゴム組成物を提供するものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】 この発明のフッ素ゴム組成物は、フッ素ゴムと可塑剤、加硫剤その他の添加剤とからなり、上記の可塑剤として上記フッ素ゴムと同程度の耐熱性および耐薬品性を備えた液状の炭化フッ素系、炭化水素系、エポキシ系、エステル系、エーテル系、芳香族系、アミド系のオリゴマーまたはポリマーのうち上記炭化フッ素系のオリゴマーまたはポリマーと、該炭化フッ素系以外のオリゴマーまたはポリマーとが併用して配合され、フッ素ゴム 100 重量部に対して炭化フッ素系可塑剤の配合量が 10～50 重量部、該炭化フッ素系以外の可塑剤の配合量が 3～30 重量部であることを特徴とする。

【0006】 この発明で使用するフッ素ゴムは、工業的に製造される範囲のものであれば、いずれのフッ素ゴムでも使用可能であるが、硬度および圧縮永久歪の双方を低くするためには二元系フッ素ゴムが好ましく、その加硫形態はポリオール加硫が好ましい。

【0007】 可塑剤は、フッ素ゴムと同程度の耐熱性と耐薬品性を有しており、ブリードせず、ポスト加硫温度（例えば 200℃）において分解せず、またほとんど飛散せず、かつ圧縮永久歪に悪影響を及ぼさない液状の炭化フッ素系、炭化水素系、エポキシ系、エステル系、エーテル系、芳香族系、アミド系その他のオリゴマーまたはポリマーであり、この発明では炭化フッ素系の可塑剤と該炭化フッ素系以外の可塑剤とが併用される。上記の炭化フッ素系可塑剤としては、入手が容易な点で液状フッ素ゴムが好ましく、また炭化水素系可塑剤としてはポリブテンが、またエポキシ系可塑剤としては液状エポキシ樹脂がそれぞれ入手し易い点で好ましい。なお、上記のポリブテンは、ポスト加硫におけるブリードや飛散を防止するため、平均分子量 3000 以上のものが好ましい。また、液状エポキシ樹脂は、同様の理由で平均分子量 400 以上のものが好ましい。

【0008】 この発明において、上記可塑剤の配合量は、フッ素ゴム 100 重量部に対して炭化フッ素系可塑剤が 10～50 重量部、炭化フッ素系以外の可塑剤が 3

～30である。なお、炭化フッ素系以外の可塑剤、例えばポリブテンや液状エポキシ樹脂の配合量を3～10重量部に少なくした場合は、炭化フッ素系可塑剤、例えば液状フッ素ゴムの配合を省略することができる。

【0009】

【作用】フッ素ゴムに可塑剤として該フッ素ゴムと同程度の耐熱性と耐薬品性を有する前記の炭化フッ素系可塑剤と炭化フッ素系以外の可塑剤とを併用して配合することにより、炭化フッ素系可塑剤が他の可塑剤の相溶性を向上させ、フッ素ゴムに上記他の可塑剤および加硫剤その他の添加剤が均一に分散し、これをシート状に成形し、加硫することにより、硬度(JIS-K-6301-A)が30～45度、圧縮永久歪(JIS-K-6301、100℃×25%圧縮×70時間)が10～15%の低硬度・低圧縮永久歪のゴムシートが得られる。しかも、上記の可塑剤は、ブリードせず、ポスト加硫の際に分解せず、ほとんど飛散することもない。ただし、上*

表 1

実施例番号	1	2	3
二元系フッ素ゴム(重量部)	100.0	100.0	100.0
酸化マグネシウム(重量部)	2.0	2.0	2.0
水酸化カルシウム(重量部)	2.0	2.0	2.0
MTブラック(重量部)	1.0	1.0	1.0
液状フッ素ゴム(重量部)	45.0	30.0	—
ポリブテン(重量部)	21.0	11.0	4.0
加硫剤A(重量部)	2.0	2.0	2.0
促進剤B(重量部)	1.0	1.0	1.0

ただし、表1において、加硫剤Aはヘキサフルオロイソプロピリデンビスフェノール50%マスターバッチであり、促進剤Bはベンジルトリフェニルホスフォニウムクロライド30%マスターバッチである。

【0012】上記の配合物を8インチロールで混練り後、2.3±0.1mmの厚さに分出し、得られたシートを一边長300mmの正方形に切断してシート試料とした。また、上記のシートを幅25mm、長さ50mmの長方形に切断し、その3枚を重ねて硬度測定用試料とした。また、上記シートを直径29mmの円形に切断し、6枚を重ねて圧縮永久歪測定用試料とした。これら3種の試料に一次加硫および二次加硫を順に施した。一次加硫は飽和水蒸気を熱源とするプレス加硫とし、その条件は、各試料とも164℃で30分に設定した。また、ポスト加硫は、乾熱空気を熱源とするギヤーオープン加硫で行い、その条件は、シート試料および硬度測定用試料については200℃×24時間に設定し、圧縮永久歪測定用

表 2

実施例番号	1	2	3
硬度(度)	32	40	45
圧縮永久歪(%)	12	11	10
ブリードの有無	無	無	無
変形の有無	無	無	無

*記他の可塑剤の配合量が3重量部未満では硬度低下の効果が得られず、反対に30重量部を超えると、圧縮永久歪が大きくなる。また、炭化フッ素系可塑剤の配合量が10重量部未満では相溶性が向上せず、50重量部を超えても効果が変わらない。

【0010】

【実施例】

実施例1～3

エラストマーとして二元系フッ素ゴム(アウジモント社製、商品名「テクノフロンFor LHF」)を、可塑剤として液状フッ素ゴム(デュボン社製、商品名「バイトンLM」)およびポリブテン(日本石油化学社製、商品名「日石ポリブテンHV-3000」)をそれぞれ使用し、下記表1の配合により、実施例1～3のフッ素ゴム組成物を製造した。

【0011】

試料については130℃×3時間、150℃×4時間、180℃×2時間および200℃×24時間の4段階の加硫を順に実施した。

【0013】上記の加硫後における各試料の寸法は、シート試料では厚みが1.9～2.0mmで、一边長が300mmであった。また、硬度測定用試料では、厚みが6.5±0.2mm、幅が25mm、長さが50mmであった。また、圧縮永久歪測定用試料では、直径が29.1±0.1mm、厚みが12.7±0.13mmであった。そして、上記の加硫後、各試料を室温に48時間放置し、硬度(JIS-K-6301-A)および圧縮永久歪(JIS-K-6301、100℃×25%圧縮×70時間)を測定し、かつブリードおよび変形の有無を目視により検査した。その結果を下記の表2に示す。ただし、硬度測定は、硬度測定用試料を2枚重ねて行った。

【0014】

5

6

【0015】比較例1～3

上記実施例1～3における可塑剤を種々に変更し、比較例1～3のフッ素ゴム組成物を製造した。その配合を下記の表3に示す。なお、比較例2に使用した可塑剤のフッ

素化シリコーンオイルは、25℃における動粘度が1000センチストークのものである。

【0016】

表 3

比較例番号	1	2	3
二元系フッ素ゴム (重量部)	100.0	100.0	100.0
酸化マグネシウム (重量部)	2.0	2.0	2.0
水酸化カルシウム (重量部)	2.0	2.0	2.0
MTブラック (重量部)	1.0	1.0	1.0
液状フッ素ゴム (重量部)	35.0	—	—
フッ化シリコーンオイル (重量部)	—	12.0	—
ジブチルフタレート (重量部)	—	—	10.0
加硫剤A (重量部)	2.0	3.0	2.0
促進剤B (重量部)	1.0	1.5	1.0

【0017】上記比較例1～3の配合からなるフッ素ゴム組成物を用い、実施例1～3におけると同様にしてシート試料、硬度測定用試料および圧縮永久歪測定用試料を作成し、上記同様に硬度および圧縮永久歪を測定し、※

※併せてブリードおよび変形の有無を検査した。その結果を下記の表4に示す。

【0018】

表 4

比較例番号	1	2	3
硬度 (度)	50	38	49
圧縮永久歪 (%)	11	34	15
ブリードの有無	無	有	無
変形の有無	無	有	無

【0019】実施例4～7

エラストマーとして二元系フッ素ゴムA (アウジモント社製、商品名「テクノフロンFor LHF」または二元系フッ素ゴムB (デュポン社製、商品名「バイトンA-41J」) を使用し、可塑剤として液状フッ素ゴム (デュポン社製、商品名「バイトンLM」)、ポリブテン (日本石

★油化学社製、商品名「日石ポリブテンHV-3000」) および液状エポキシ樹脂 (シェル化学社製、商品名「エピコート834」) を使用し、下記表5の配合により、実施例4～7のフッ素ゴム組成物を製造した。

【0020】

表 5

実施例番号	4	5	6	7
二元系フッ素ゴムA (重量部)	—	100.0	100.0	100.0
二元系フッ素ゴムB (重量部)	100.0	—	—	—
酸化マグネシウム (重量部)	3.0	2.0	2.0	2.0
水酸化カルシウム (重量部)	3.0	2.0	2.0	2.0
MTブラック (重量部)	1.0	1.0	1.0	1.0
液状フッ素ゴム (重量部)	35.0	40.0	30.0	—
ポリブテン (重量部)	18.0	—	—	—
液状エポキシ樹脂 (重量部)	—	18.0	12.0	4.0
加硫剤A (重量部)	2.0	3.0	3.0	3.0
促進剤B (重量部)	1.0	1.5	1.5	1.5

【0021】上記実施例4～7の配合からなるフッ素ゴム組成物を用い、実施例1～3におけると同様にしてシート試料、硬度測定用試料および圧縮永久歪測定用試料を作成し、上記同様に硬度および圧縮永久歪を測定し、

併せてブリードおよび変形の有無を検査した。その結果を下記の表6に示す。

【0022】

表 6

実施例番号	4	5	6	7
硬度 (度)	30	34	39	45

7

8

圧縮永久歪 (%)

1 3

1 4

1 2

1 0

ブリードの有無

無

無

無

無

変形の有無

無

無

無

無

【0023】上記の表1～6で明らかとなり、この発明の実施例1～7は、いずれも硬度が45度以下、圧縮永久歪が14%以下と低く、かつブリードおよび変形が無かった。これに対して可塑剤に液状フッ素ゴムのみを使用した比較例1は、硬度が50度と高く、また可塑剤にフッ化シリコンオイルを使用した比較例2は、硬度が低い反面、圧縮永久歪が34%と大きく、かつブリー

10

ドおよび変形が発生し、また可塑剤にジブチルフタレートを使用した比較例3は、硬度が高過ぎ、49度であった。

【0024】

【発明の効果】以上に説明したように、請求項1記載のフッ素ゴム組成物は、可塑剤として炭化フッ素系、炭化水素系、エポキシ系、エステル系、エーテル系、芳香族系、アミド系のオリゴマーまたはポリマーのうち上記炭化フッ素系のものと、該炭化フッ素系以外のものを併用し、フッ素ゴム100重量部に対して炭化フッ素系可

20

【0025】そして、請求項2に記載のフッ素ゴム組成物は、炭化フッ素系可塑剤として液状フッ素ゴムを、また炭化水素系可塑材としポリブテンを、エポキシ系可塑材として液状エポキシ樹脂をそれぞれ使用したものであるから、入手が容易で、製造コストを低くすることができる。また、請求項3に記載のフッ素ゴム組成物は、可塑剤としてポリブテンおよび液状エポキシ樹脂の少なくとも一方を配合し、その配合量をフッ素ゴム100重量部に対して3～10重量部に少なく設定したものであるから、硬度が若干高めになる反面、上記可塑剤の使用量を少なくし、かつ液状フッ素ゴムを省略して製造コストを下げることができる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl.⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 0 8 L 23:22)

(C 0 8 L 27/12

63:00)

THIS PAGE BLANK (USPTO)